

# BIAXIALLY ORIENTED POLYESTER FILM FOR MAGNETIC RECORDING MEDIUM AND VIDEO-SOFT TAPE

**Patent number:** JP10138355  
**Publication date:** 1998-05-26  
**Inventor:** NISHINO YASUHIRO; MATSUMOTO HARUO  
**Applicant:** TOYO BOSEKI  
**Classification:**  
**- international:** *B29D7/01; B32B27/36; C08J5/18; B29C55/12; B29D7/00; B32B27/36; C08J5/18; B29C55/12; (IPC1-7): B29D7/01; B29C55/12; B32B27/36; C08J5/18; G11B5/704; B29K67/00; B29K105/16; B29L7/00; C08L67/02*  
**- european:**  
**Application number:** JP19960300404 19961112  
**Priority number(s):** JP19960300404 19961112

Report a data error here

## Abstract of JP10138355

**PROBLEM TO BE SOLVED:** To provide a polyester film of high quality having excellent winding properties, cutting resistance and scratch resistance to be applied to acceleration of a manufacturing line of the film and a tape and to simultaneously provide a video-soft tape having excellent durability with small decrease in image quality at the time of fast dubbing. **SOLUTION:** This video-soft tape comprises a biaxially oriented polyester film for a magnetic recording medium which has 20,000 pieces/mm<sup>2</sup> or more of maximum number of protrusions (PC-H) of at least one surface of the film measured by a non-contact three-dimensional surface roughness meter and 4 to 10 of maximum protrusion number ratio [ $\alpha$  : (PC-H)/(PC-S)] of the maximum number (PC-H) measured by the meter to maximum number of protrusions (PC-S) measured by a contact three-dimensional surface roughness meter, and a biaxially oriented polyester film layer, a magnetic layer.

Data supplied from the **esp@cenet** database - Worldwide

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公 開 特 許 公 報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平10-138355

(43) 公開日 平成10年(1998) 5月26日

(51) Int.Cl. <sup>6</sup>	識別記号	F I	
B 2 9 D 7/01		B 2 9 D 7/01	
B 2 9 C 55/12		B 2 9 C 55/12	
B 3 2 B 27/36		B 3 2 B 27/36	
C 0 8 J 5/18	C F D	C 0 8 J 5/18	C F D
G 1 1 B 5/704		G 1 1 B 5/704	
審査請求 未請求 請求項の数 6 O L (全 14 頁) 最終頁に続く			

(21) 出願番号	特願平8-300404	(71) 出願人	000003160 東洋紡績株式会社 大阪府大阪市北区堂島浜2丁目2番8号
(22) 出願日	平成8年(1996)11月12日	(72) 発明者	西野 泰弘 福井県敦賀市東洋町10番24号 株式会社日本マグファン内
		(72) 発明者	松本 治男 福井県敦賀市東洋町10番24号 株式会社日本マグファン内
		(74) 代理人	弁理士 高島 一

(54) 【発明の名称】 磁気記録媒体用二軸配向ポリエステルフィルムおよびビデオソフト用テープ

(57) 【要約】

【課題】 フィルムおよびテープの製造ラインの高速化に適應できる、巻き性、耐削れ性、耐スクラッチ性などに極めて優れた高品質のポリエステルフィルムを提供すると同時に、高速ダビング時の画質低下も少なく、耐久性にも優れるビデオソフト用テープを提供すること。

【解決手段】 少なくとも片面のフィルム表面の非接触三次元表面粗さ計で測定した最大突起数 (P C-H) が 2 0 0 0 0 個/mm<sup>2</sup> 以上であり、かつ該表面の非接触三次元表面粗さ計で測定した最大突起数 (P C-H) と触針式三次元表面粗さ計で測定した最大突起数 (P C-S) との最大突起数比 [α : (P C-H) / (P C-S)] が 4 ~ 1 0 であることを特徴とする磁気記録媒体用二軸配向ポリエステルフィルム、および該二軸配向ポリエステルフィルムの層と磁性層とを有するビデオソフト用テープ。

## 【特許請求の範囲】

【請求項 1】 少なくとも片面のフィルム表面の非接触三次元表面粗さ計で測定した最大突起数（PC-H）が 20000 個/mm<sup>2</sup> 以上であり、かつ該表面の非接触三次元表面粗さ計で測定した最大突起数（PC-H）と触針式三次元表面粗さ計で測定した最大突起数（PC-S）との最大突起数比〔 $\alpha$  : (PC-H) / (PC-S)〕が 4~10 であることを特徴とする磁気記録媒体用二軸配向ポリエステルフィルム。

【請求項 2】 ポリエステルフィルムが、平均二次粒径

$$g = [c(A)/(r(A)^3 \cdot d(A))] / \left[ \sum_{i=1}^n (c(B_i)/r(B_i)^3 \cdot d(B_i)) \right]$$

〔式中、r (A) は無機酸化物微粒子 (A) の平均二次粒径 (nm) を、d (A) は無機酸化物微粒子 (A) の比重 (g/cm<sup>3</sup>) を、c (A) は無機酸化物微粒子 (A) のポリエステル中の含有量 (重量%) を、r (B<sub>i</sub>) は不活性粒子 (B) の平均粒径 (nm) を、d (B<sub>i</sub>) は不活性粒子 (B) の比重 (g/cm<sup>3</sup>) を、c (B<sub>i</sub>) は不活性粒子 (B) のポリエステル中の含有量 (重量%) を示し、n は使用した不活性粒子 (B) の種類の数である〕

【請求項 3】 無機酸化物粒子 (A) がシリカ粒子であることを特徴とする請求項 2 記載の磁気記録媒体用二軸配向ポリエステルフィルム。

【請求項 4】 二軸配向ポリエステルフィルム層と磁性層とを有するビデオソフト用テープであって、上記フィルム層の磁性層と反対側のフィルム表面の非接触三次元表面粗さ計で測定した最大突起数（PC-H）が 20000 個/mm<sup>2</sup> 以上であり、かつ該表面の非接触三次元

$$g = [c(A)/(r(A)^3 \cdot d(A))] / \left[ \sum_{i=1}^n (c(B_i)/r(B_i)^3 \cdot d(B_i)) \right]$$

〔式中、r (A) は無機酸化物微粒子 (A) の平均二次粒径 (nm) を、d (A) は無機酸化物微粒子 (A) の比重 (g/cm<sup>3</sup>) を、c (A) は無機酸化物微粒子 (A) のポリエステル中の含有量 (重量%) を、r (B<sub>i</sub>) は不活性粒子 (B) の平均粒径 (nm) を、d (B<sub>i</sub>) は不活性粒子 (B) の少なくとも一種の比重 (g/cm<sup>3</sup>) を、c (B<sub>i</sub>) は不活性粒子 (B) のポリエステル中の含有量 (重量%) を示し、n は使用した不活性粒子 (B) の種類の数である〕

【請求項 6】 無機酸化物粒子 (A) がシリカ粒子であることを特徴とする請求項 5 記載の磁気記録媒体用二軸配向ポリエステルフィルム。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【発明の属する技術分野】 本発明は、磁気記録媒体用二軸配向ポリエステルフィルム、およびこれを使用したビデオソフト用テープに関する。特にビデオテープに求められる、耐削れ性、耐スクラッチ性、巻き性に優れた、特定のフィルム表面を有する磁気記録媒体用二軸配

向が 50~200 nm、平均一次粒径比（長径/短径）が 1.25~3.0 かつ平均一次粒径/一次粒径の標準偏差（ $d/\sigma$ ）が 0.5~5.0 である無機酸化物微粒子 (A) を 0.1~0.5 重量%、および平均粒径が 300~1500 nm である不活性粒子 (B) を少なくとも 1 種含有し、かつ無機酸化物微粒子 (A) と不活性粒子 (B) の下記式で定義される粒子数パラメーター（ $\beta$ ）が 20~80 であることを特徴とする請求項 1 記載の磁気記録媒体用二軸配向ポリエステルフィルム。

## 【数 1】

表面粗さ計で測定した最大突起数（PC-H）と触針式三次元表面粗さ計で測定した最大突起数（PC-S）との最大突起数比〔 $\alpha$  : (PC-H) / (PC-S)〕が 4~10 であることを特徴とするビデオソフト用テープ。

【請求項 5】 フィルム層が、平均二次粒径が 50~200 nm、平均一次粒径比（長径/短径）が 1.25~3.0、かつ平均一次粒径/一次粒径の標準偏差（ $d/\sigma$ ）が 0.5~5.0 である無機酸化物微粒子 (A) を 0.1~0.5 重量%、および平均粒径が 300~1500 nm である不活性粒子 (B) を少なくとも 1 種含有し、かつ該表面の無機酸化物微粒子 (A) と不活性粒子 (B) の下記式で定義される粒子数パラメーター（ $\beta$ ）が 20~80 であることを特徴とする請求項 4 記載のビデオソフト用テープ。

## 【数 2】

$$g = [c(A)/(r(A)^3 \cdot d(A))] / \left[ \sum_{i=1}^n (c(B_i)/r(B_i)^3 \cdot d(B_i)) \right]$$

向ポリエステルフィルム、および該フィルムを使用した、電磁変換特性および耐久性等に優れたビデオソフト用テープに関するものである。

## 【0002】

【従来の技術】 フィルムの平坦易滑性、耐削れ性を改善するために、従来より、ポリエステルに酸化ケイ素、二酸化チタン、炭酸カルシウム、タルク、クレイ、焼性カオリン等の無機粒子を添加したり（例えば特開昭第 54-57562 号）、重合系内でカルシウム、リチウムあるいはリンを含む微粒子を析出せしめる（例えば特公昭第 52-32914 号）ことが知られている。

【0003】 近年コストダウンの要求が特に強まり、磁気記録媒体用ポリエステルフィルムの製造工程の工程速度（各工程におけるフィルムまたはテープの送り速度）の高速化のみならず、該フィルム表面に磁性塗料を塗布した磁気テープ、即ち磁気記録媒体の製造工程においても、磁性層塗布工程、カレンダー工程、スリット工程、カセットへ磁気テープを組み込む工程、および得られたビデオテープ等をダビングしてソフトテープを製造する

工程等の工程速度が増大し、それに伴い品質を維持しながら製品収率を上げることが最も大きな課題となっている。

【0004】従来のフィルムは、工程速度の増加に伴い、接触するロールやガイドでフィルム表面に傷がついたり、フィルム表面の削れにより白粉が発生するという欠点があった。また、カレンダー工程での工程速度の増速により、カレンダーロールに付着した白粉を清掃する頻度が増加し、生産性が低下するという問題があった。さらに、パンケーキ状に磁気テープ原反を高速で巻き取る工程では、巻き乱れにより製品収率が低下するという問題もあった。その上、レンタルビデオの普及により、ビデオソフトテープをビデオレコーダー（VTR）内で繰り返し高速で再生するため、テープカセット内のガイドピン等との接触摩擦によりテープ表面に傷がつき、あるいは磁性層の削れにより画質の劣化が起こるなど、テープの耐久性に問題が見られる。

【0005】これらの問題の解決のためには、フィルム表面を傷つきにくくするとともに、フィルム表面を粗くして摩擦係数を小さくし、巻き性ならびに走行性を改良する必要がある。しかし一方では、高画質化が要求され、フィルムあるいはテープの電磁変換特性の向上が要求される。このためには、フィルム表面全体を平滑にする必要がある。従来技術では、これらの相反するフィルム表面特性を満足するものは得られていなかった。また、該フィルム特性を満足するフィルムを支持体として使用したビデオソフト用テープは得られていなかった。

【0006】

【発明が解決しようとする課題】本発明の目的は、フィルムまたはテープの製造工程での工程速度の高速化やビデオソフトテープの繰り返し使用に伴って発生してきた問題点を解消し、平坦易滑性、耐削れ性、耐スクラッチ性、巻き性等に優れた高品質の磁気記録媒体用二軸配向ポリエステルフィルムを提供することである。また本発明のもう一つの目的は、上記フィルムを非磁性支持体と

して使用した、電磁変換特性および耐久性に優れたビデオソフト用テープを提供することである。

【0007】

【課題を解決するための手段】前記した本発明の目的は、（１）少なくとも片面のフィルム表面に非接触三次元表面粗さ計で測定した最大突起数（PC-H）が20000個/mm<sup>2</sup>以上あり、かつ該表面の非接触三次元表面粗さ計で測定した最大突起数（PC-H）と触針式三次元表面粗さ計で測定した最大突起数（PC-S）との最大突起数比〔 $\alpha$ ：（PC-H）／（PC-S）〕が4～10であることを特徴とする磁気記録媒体用二軸配向ポリエステルフィルムによって達成できる。また本発明のもう一つの目的は、（２）二軸配向ポリエステルフィルム層と磁性層とを有するビデオソフト用テープであって、上記フィルム層の磁性層と反対側のフィルム表面に非接触三次元表面粗さ計で測定した最大突起数（PC-H）が20000個/mm<sup>2</sup>以上あり、かつ該表面の非接触三次元表面粗さ計で測定した最大突起数（PC-H）と触針式三次元表面粗さ計で測定した最大突起数（PC-S）との最大突起数比〔 $\alpha$ ：（PC-H）／（PC-S）〕が4～10であることを特徴とするビデオソフト用テープによって達成することができる。

【0008】本発明のより好ましい実施態様は、（３）フィルムが、平均二次粒径が50～200nm、平均一次粒径比（長径／短径）が1.25～3.0、かつ平均一次粒径／一次粒径の標準偏差（ $d/\sigma$ ）が0.5～5.0である無機酸化物微粒子（A）を0.1～0.5重量%、および平均粒径が300～1500nmである不活性粒子（B）を少なくとも1種含有し、かつ該表面の無機酸化物微粒子（A）と不活性粒子（B）の下記式で定義される粒子数パラメーター（ $\beta$ ）が20～80であることを特徴とする上記（１）のポリエステルフィルムまたは（２）のビデオソフト用テープである。

【0009】

【数3】

$$\beta = \{c(A)/(r(A)^2 \cdot d(A))\} / \left[ \sum_{i=1}^n \{c(B_i)/r(B_i)^2 \cdot d(B_i)\} \right]$$

【0010】【式中、 $r(A)$ 、 $d(A)$  および  $c(A)$  は、それぞれ無機酸化物微粒子（A）の平均二次粒径（nm）、比重（ $g/cm^3$ ）およびポリエステル中の含有量（重量%）を示し、 $r(B_i)$ 、 $d(B_i)$  および  $c(B_i)$  は、それぞれ不活性粒子（B）の平均粒径（nm）、比重（ $g/cm^3$ ）およびポリエステル中の含有量（重量%）であり、 $n$ は使用した不活性粒子（B）の種類の数である】

【0011】本発明のさらに好ましい実施態様は、

（４）無機酸化物粒子（A）がシリカ粒子であることを特徴とする上記（３）のポリエステルフィルムまたはビデオソフト用テープである。

【0012】

【発明の実施の形態】本発明で用いられるポリエステルとしては、主たる繰り返し単位がエチレンテレフタレートおよび／またはエチレン2,6-ナフタレートであるポリエステルが、耐削れ性、耐スクラッチ性の点から好ましい。

【0013】ポリエステルはそれ自体公知であり、かつ直接エステル化法やエステル交換法で得たエステルオリゴマーを縮合反応させる等の公知の方法で製造することができる。

【0014】ポリエステルフィルムの極限粘度を0.5～0.6に調整すると、得られるフィルムの耐削れ性、耐スクラッチ性のみならず、熱収縮特性やスリット性もさらに改良される。また、該ポリエステルフィルムを非

磁性支持体として用いたビデオソフトテープは、十分な耐久性が得られる。ここで極限粘度とは、フェノール／テトラクロロエタン混合溶媒（重量比：3／2）中でポリエステルフィルムを溶解し、30℃で測定して求められた極限粘度をいう。ポリエステルフィルムの極限粘度は、0.52～0.58がさらに好ましく、特に好ましくは0.54～0.56である。ポリエステルフィルムの極限粘度をこの範囲に調整するためには、ポリエステルポリマーの極限粘度をフィルムよりも0.01～0.02高くしておくことが必要である。

【0015】本発明のポリエステルフィルムは、その少なくとも片側の表面の、非接触三次元表面粗さ計で測定した最大突起数（PC-H）が20000個/mm<sup>2</sup>以上、好ましくは21000個/mm<sup>2</sup>以上、より好ましくは22000個/mm<sup>2</sup>以上である。該フィルムを支持体として使用するビデオソフト用テープの場合、磁性層が設けられている側とは反対側のフィルム表面のPC-Hが20000個/mm<sup>2</sup>以上であり、好ましくは21000個/mm<sup>2</sup>以上、より好ましくは22000個/mm<sup>2</sup>以上である。ここで非接触三次元表面粗さ計で測定した最大突起数（PC-H）は、小坂研究所社製の非接触三次元表面粗さ計（ET-30HK）および三次元粗さ解析装置（SPA-11）を用いて測定した値であって、切断面における切り口の個数が最も多いところの数（フィルム表面を上から平行にスライスしていき、突起の切り口の個数が最も多いところの数）をいう。測定条件等は後記する。PC-Hが20000個/mm<sup>2</sup>未満であると、フィルムの耐削れ性および耐スクラッチ性が不十分となる。また、該フィルム表面を有するビデオソフト用テープは、耐久性が不十分となり、高速でダビングした際に電磁交換特性も低下する。一方、PC-Hの上限は、実用面から30000個/mm<sup>2</sup>である。PC-Hを30000個/mm<sup>2</sup>を越えるように増加させても、耐削れ性および耐スクラッチ性の改良効果はほとんど見られない。また、該フィルムを使用したビデオソフト用テープのフィルム面のPC-Hを35000～50000個/mm<sup>2</sup>にするとテープ耐久性が一層向上するので好ましい。

【0016】また、本発明のポリエステルフィルムは、その少なくとも片側の表面の、PC-Hと触針式三次元

表面粗さ計で測定した最大突起数（PC-S）との最大突起数比 $[\alpha : (PC-H) / (PC-S)]$ が4～10であることが必要であり、好ましくは4.1～6.0、より好ましくは4.2～5.8である。該フィルムをビデオソフト用テープの支持体として使用する場合、磁性層が設けられている側とは反対側のフィルム表面の $\alpha$ が4～10であることが必要であり、好ましくは5.0～9.0、より好ましくは5.5～8.5である。ここでPC-Hは上記で定義したとおりであり、触針式三次元表面粗さ計で測定した最大突起数（PC-S）は、小坂研究所社製の接触式三次元表面粗さ計（SE-3AK）および三次元粗さ解析装置（SPA-11）を用いて測定した値であって、切断面における切り口の個数が最も多いところの数（フィルム表面を上から平行にスライスしていき、突起の切り口の個数が最も多いところの数）をいう。測定条件等は後記する。 $\alpha$ が4未満であると、特にフィルム表面の突起のない地肌部が削れやすく、フィルム表面およびビデオソフト用テープの磁性層側とは反対のテープ表面の耐削れ性が不十分となり、該ビデオソフト用テープを高速でダビングした際に電磁交換特性が低下する。逆に、 $\alpha$ が10を越えると、巻き性が不十分となり製品収率が低下する。また、このようなフィルムを使用したビデオソフト用テープは、耐久性が不十分となる。

【0017】上記した特性をもつフィルムを得るには種々の方法があるが、例えば、ポリエステル製造中に一定の物性を有する粒子を添加してポリエステルフィルムを得る方法がある。具体的な方法として、例えば、内部析出粒子法—触媒残渣とエステルオリゴマーを反応させ重合反応系内で粒子を析出させる方法、ポリエステルと非相溶のポリマーをブレンドし海島構造を造る方法、キャスト時に加熱し球晶を形成する方法などがある。

【0018】すなわち、フィルムおよびビデオソフト用テープの非磁性支持体フィルム中に、一定の物性を有する無機酸化物微粒子（A）をポリエステルフィルムに対して0.1～0.5重量%、および不活性粒子（B）を少なくとも1種含有させ、かつ微粒子（A）と不活性粒子（B）との粒子数パラメーター（ $\beta$ ）

【0019】

【数4】

$$\beta = [c(A)/(r(A)^3 \cdot d(A))] / \left[ \sum_{i=1}^n (c(B_i)/r(B_i)^3 \cdot d(B_i)) \right]$$

【0020】〔式中、 $r(A)$ は無機酸化物微粒子（A）の平均二次粒径（nm）を、 $d(A)$ は無機酸化物微粒子（A）の比重（g/cm<sup>3</sup>）を、 $c(A)$ は無機酸化物微粒子（A）のポリエステル中の含有量（重量%）を、 $r(B_i)$ は不活性粒子（B）の平均粒径（nm）を、 $d(B_i)$ は不活性粒子（B）の比重（g/cm<sup>3</sup>）を、 $c(B_i)$ は不活性粒子（B）のポリエステル中の含有量（重量%）を示し、 $n$ は使用した不活性粒

子（B）の種類の数である〕を20～80に調整すると、少なくとも片面のPC-Hが20000個/mm<sup>2</sup>以上で、かつ $\alpha$ が4～10のフィルムが得られる。微粒子（A）と不活性粒子（B）との粒子数パラメーター（ $\beta$ ）は、25～75に調整されるのがさらに好ましく、30～70が特に好ましい。

【0021】無機酸化物微粒子（A）として、平均二次粒径が50～200nm、好ましくは60～180nm

m、特に好ましくは70～160nm、平均一次粒径比〔（一次粒子の長径／一次粒子の短径）の平均値〕が1.25～3.0、好ましくは1.27～2.5、特に好ましくは1.3～2.0、および平均一次粒径／一次粒径の標準偏差（ $d/\sigma$ ）が0.5～5.0、好ましくは1.0～4.0、特に好ましくは1.2～3.0の無機酸化物微粒子を使用する。

【0022】微粒子（A）の「平均二次粒径」は、レーザ回折・散乱法により、粒子の集団の全体積を100%として累積カーブを求めたときの累積カーブが50%となる点の粒径をいう。「平均一次粒径比」を求める場合の一次粒子の長径および短径は、まず一次粒子の画像の周上の任意の2点間の距離のうち最大の長さ（絶対最大長）を長径とし、これに直行する方向の一次粒子の距離（幅）を短径とする。「 $d/\sigma$ 」を求める場合の $d$ は、一次粒子の投影面積円相当径（ヘイウッド径）であり、 $\sigma$ は一次粒子の投影面積円相当径の標準偏差である。上記の微粒子（A）の一次粒子の長径、短径、平均一次粒径（ $d$ ）は、顕微鏡法による。すなわち、走査型電子顕微鏡を用いて、10000倍～50000倍で、粒子3000～5000個について画像解析を行い求める。

【0023】無機酸化物微粒子（A）は、ポリエステルに対して0.1～0.5重量%、好ましくは0.2～0.4重量%含有させるのがよい。

【0024】無機酸化物微粒子（A）としては、耐削れ性および耐スクラッチ性の改良効果の点より、四塩化ケイ素の蒸気を酸水素炎で加水分解する方法（火焰加水分解法）で得たシリカ、 $\delta$ 、 $\gamma$ 、 $\theta$ 、 $\eta$ 型のアルミナ、ケイ酸ナトリウムのアルカリ除去法やアルコキシシランの加水分解法で得られた球状単分散シリカが好ましく例示される。なかでも、火焰加水分解法で得たシリカは、スリット性もさらに改良できることから特に好適である。

【0025】微粒子（A）として、火焰加水分解法で得たシリカであって、平均一次粒径比が1.25～3.0であり、かつ平均一次粒径／一次粒径の標準偏差（ $d/\sigma$ ）が0.5～5.0であるシリカ粒子を使用すると、得られるフィルムの耐削れ性、耐スクラッチ性、スリット性に一層の改良効果がある。また、このようにして得たポリエステルフィルムを非磁性支持体として用いたビデオソフト用テープは、その耐久性が一層向上する。

【0026】無機酸化物微粒子（A）とともに加えられる少なくとも一種の不活性粒子（B）は、平均粒径が300～1500nm、好ましくは350～1400nm、さらに好ましくは400～1400nmである。粒

子（B）の平均粒径が300～1500nmであれば、フィルムの巻き性改良効果が十分となり、かつ表面平坦性も十分となり、耐削れ性が良好である。このようなフィルムを使用したビデオソフト用テープは、電磁交換特性が良好で、ドロップアウトも少ない。なお、粒子（B）の平均粒径も微粒子（A）と同様に求められる。

【0027】無機酸化物微粒子（A）に加えて不活性粒子（B）を使用することによって、各種ガイドに対するフィルムの摩擦係数が低くなり、良好な耐スクラッチ性や耐削れ性が得られるだけでなく、巻き性も著しく良好になるのでフィルムのスリット工程および磁気テープ製造時のスリット工程での製品収率が極めて良くなる。さらにこれをビデオソフト用テープの非磁性支持体として使用した場合、テープ耐久性も良い。

【0028】不活性粒子（B）の量は、ポリエステルに対して0.01～1重量%、好ましくは0.1～0.5重量%である。

【0029】不活性粒子（B）としては、合成炭酸カルシウム粒子、耐熱性有機高分子粒子、球状シリカ、カオリン粒子、ゼオライト粒子、リン酸カルシウム粒子、酸化チタン粒子等が例示される。なかでも、合成炭酸カルシウムおよび耐熱性有機高分子粒子から選ばれた少なくとも一種であることが、フィルムの巻き性、耐削れ性およびテープ耐久性の点から好ましい。

【0030】合成炭酸カルシウム粒子の製造法としては、例えば、特開平5-117443号公報や特開平6-1908号公報に記載の、水酸化カルシウムの水懸濁液に炭酸ガスを吹き込み合成する方法が好ましい。

【0031】また耐熱性有機高分子粒子とは、10重量%減量時の熱分解温度が360℃以上、好ましくは380℃以上の耐熱性の良好な有機高分子粒子である。このような耐熱性粒子としては、架橋ポリスチレン粒子、シリコン樹脂粒子、ポリイミド粒子、PTFE樹脂〔ポリ（テトラフルオロエチレン）〕粒子等が挙げられる。上記耐熱性を満足する架橋ポリスチレン粒子としては、例えば、特開平7-239105号公報に記載された製造法で得たものが好適である。

【0032】また不活性粒子（B）として、平均粒径が300～650nmである不活性粒子（B1）および平均粒径が750～1300nmである不活性粒子（B2）の混合物を、粒子数パラメーター（ $\beta'$ ）

【0033】

【数5】

$$\beta' = [c(A)/(r(A)^3 \cdot d(A))] / \left[ \sum_{i=1}^2 (c(B_i)/r(B_i)^3 \cdot d(B_i)) \right]$$

【0034】〔式中、 $r(A)$ は無機酸化物微粒子（A）の平均二次粒径（nm）を、 $d(A)$ は無機酸化物微粒子（A）の比重（ $g/cm^3$ ）を、 $c(A)$ は無

機酸化物微粒子（A）のポリエステル中の含有量（重量%）を、 $r(B_i)$ は不活性粒子（B）の平均粒径（nm）を、 $d(B_i)$ は不活性粒子（B）の比重（ $g/c$

m<sup>3</sup>)を、c (B i) は不活性粒子 (B) のポリエステル中の含有量 (重量%) を示す] が 300~1300 となるようにフィルム中に含有させると、耐削れ性がさらに良好となるほかに高速走行下での巻き性が一層良好となる。不活性粒子 (B 1) の平均粒径は 350~600 nm が好ましく、400~550 nm が特に好ましい。また不活性粒子 (B 2) の平均粒径は 800~1200 nm が好ましく、850~1100 nm が特に好ましい。また、粒子数パラメーター (β) は 25~75 が好ましく、30~70 が特に好ましい。

【0035】不活性粒子 (B 2) と不活性粒子 (B 1)

$$\frac{\text{粒子の外接円に対する面積率 (\%)}}{\text{粒子の平均投影面積}} = \frac{\text{粒子の平均投影面積}}{\text{粒子に外接する円の平均面積}} \times 100 \quad (I)$$

【0038】不活性粒子 (B) の粒径は、粗大粒子による粗大突起の生成および耐削れ性の悪化を防ぐ観点より、均一に近いことが好ましい。具体的には、下記 (I) 式で定義される「粒径のばらつき度」が 50% 以下

$$\text{粒径のばらつき度 (\%)} = \frac{\text{水平方向のフェレ径の標準偏差}}{\text{水平方向のフェレ径の平均値}} \times 100 \quad (II)$$

【0040】また、不活性粒子 (B) として合成炭酸カルシウム粒子を使用する場合、ポリエステルと合成炭酸カルシウムとの親和性を一層高めるために、例えば特開平 2-178333 号に記載されているポリエーテル系アクリル共重合体塩等の化合物を用いて本発明で使用する合成炭酸カルシウム粒子の表面を処理しておくことが好ましい。

【0041】ポリエステル重合系への無機酸化物微粒子 (A) および不活性粒子 (B) の添加は、粒子の飛散防止、供給精度や粒子分散性の点からスラリー状に分散させて行うのが好ましく、特にエチレングリコールのスラリーとして添加するのが好ましい。スラリー濃度は 5~20 重量% が適当である。

【0042】スラリー状に分散させた場合には、フィルム表面への粗大突起を低減させるために、メディア分散法での解砕処理、遠心分離、濾過を併用することが好ましい。

【0043】本発明における粒子のグリコールスラリーのポリエステル中への添加方法は、シリカ粒子 (A) と他の種類の無機酸化物微粒子 (A) および不活性粒子 (B) の場合とで異なる。シリカ以外の無機酸化物微粒子および不活性粒子の場合、エステル交換反応後またはエステル化反応後から初期重縮合反応が終了するまでに添加するのが粒子分散性の点から特に好ましい。なお初期縮合反応が終了した時点とは固有粘度が約 0.2 に達した時をさし、これ以後では反応系の粘度が高すぎるために添加成分の混合が不均一となり均質な製品が得られなくなる。また、オリゴマーの解重合が起こり、生産性の低下やジエチレングリコール (DEG) 副生量の増大

との平均粒径の差が、200~600 nm であることが高速下での巻き性改良の点から好ましく、特に好ましくは 250~500 nm である。

【0036】不活性粒子 (B) の粒子の形態は、巻き性およびテープ耐久性の点から、塊状、立方体状、球状に近いことが好ましい。具体的には、下記 (I) 式で定義される「粒子の外接円に対する面積率」が 60% 以上であることが耐削れ性および巻き性の点で好ましい。特に好ましくは 70% 以上である。

【0037】

【数 6】

であることが好ましい。特に好ましくは 30% 以下である。

【0039】

【数 7】

を引き起こすので好ましくない。一方シリカ粒子の場合、粒子分散性の点からエステル交換反応開始前またはエステル化反応開始前の段階で添加することが好ましい。特に好ましくは、反応缶の温度が 100℃ 以下の段階で添加すると、より一層ポリマー中での粒子分散性が向上する。

【0044】さらにフィルム中に周期律表第 II 族の原子を含む化合物とリン化合物とを特定量含有させておくと、ポリエステル中での粒子の分散性を向上させるとともに、ポリエステルの溶融比抵抗を低下させることができる。ポリエステルの溶融比抵抗を低下させることにより、静電印加冷却法を用いてダイスから溶融押し出したポリエステルシートを冷却ドラムに密着させる際、それらの間の密着性が一層向上し、ピンナーバブルと呼ばれる東縛気泡を発生させずに回転冷却ドラムの速度を増し、フィルムの生産性を向上することができる。

【0045】周期律表第 II 族の原子を含む化合物の例として、酢酸マグネシウムや酢酸カルシウム等が挙げられる。また、リン化合物の例として、リン酸、リン酸トリエステル、酸性リン酸エステル、亜リン酸、亜リン酸エステル等が挙げられる。リン化合物中の P に対する周期律表第 II 族の原子を含む化合物中の周期律表第 II 族の金属原子のモル比 (P/金属原子) は 0.5~1.0、好ましくは 0.55~0.90 にし、リン化合物中の P 原子の含有量を 10~200 ppm に調整すると、溶融比抵抗が  $0.5 \times 10^8 \Omega \cdot \text{cm}$  以下のポリエステルを得ることができる。

【0046】さらに、少なくとも一種から 3 種類の各微粒子を高濃度で含有するマスターチップを各々製造し、

これらのマスターチップ同士または粒子を含有していないポリエステル（プライトレジン）と適宜配合・希釈して、必要な粒子濃度に調整しても良い。

【0047】本発明のフィルムは単膜でも構わないが、フィルム表層（2軸配向ポリエステルフィルム層）が本発明で規制した範囲内であれば、回収品から得られたフィルムを使用した（本発明の2軸配向ポリエステルフィルムの層）／（回収品から得られたフィルム層）／（本発明の2軸配向ポリエステルフィルムの層）の3層からなる積層フィルムであることがコストダウンの点から好ましい。さらにビデオソフト用テープを製造する場合、フィルムの磁性層を設ける側の面に、磁性層との接着性を向上させるために、特開平4-253738号に記載された水性高分子を造膜成分とする塗工剤を薄く被覆しても構わない。

【0048】本発明のポリエステルフィルムは、例えば、融点（ $T_m$ ；℃）ないし（ $T_m+50$ ）℃の温度でダイスよりポリエステルの押し出しして、静電印加冷却法により未延伸フィルムを得、該未延伸フィルムを一軸方向（縦方向または横方向）に（ $T_g+20$ ）℃～（ $T_g+70$ ）℃の温度（但し、 $T_g$ ：ポリエステルのガラス転移温度）で2.5～5.0倍の倍率で少なくとも2段以上で延伸し、ついで上記延伸方向と直角方向（一段目延伸が縦方向の場合には、二段目延伸が横方向となる）に（ $T_g+30$ ）℃～（ $T_g+70$ ）℃の温度で2.5～5.0倍の倍率で少なくとも2段以上で延伸する。この場合、面積延伸倍率は1.2～2.2倍、さらには1.5～2.0倍にするのが好ましい。延伸手段は同時二軸延伸、逐次二軸延伸のいずれでもよい。

- ・検出器（触針先端半径：2  $\mu$ m、荷重：30mg）
- ・カットオフ : 0.25mm
- ・X方向（フィルムの長手方向）倍率 :  $\times 200$
- ・Y方向（フィルムの横手方向）倍率 :  $\times 500$
- ・Z方向（フィルムの高さ方向）倍率 :  $\times 20000$
- ・測定面積 : 0.3mm<sup>2</sup>
- ・Y方向（フィルムの横手方向）の送りピッチ : 2  $\mu$ m
- ・Y方向のスキャン回数 : 500回
- ・カウントモード : SIMPLE
- ・Z基準 : UPPER

【0052】（2）フィルム表面およびテープの磁性層とは反対側表面の非接触三次元表面粗さ計による最大突起数（PC-H）

フィルムまたはテープ表面の測定面をアルミニウム蒸着し、小坂研究所社製の非接触三次元表面粗さ計（ET-30HK）および三次元粗さ解析装置（SPA-11）

- ・検出器 : 光触針ハイボス  
(スポット径：1.6  $\mu$ m)
- ・カットオフ : 0.08mm
- ・X方向（フィルムの長手方向）倍率 :  $\times 1000$
- ・Y方向（フィルムの横手方向）倍率 :  $\times 2000$

【0049】さらに得られたフィルムは、（ $T_g+70$ ）℃～ $T_m$ （℃）の温度で熱固定することができる。例えばポリエチレンテレフタレートフィルムについては190～230℃で熱固定することが好ましい。熱固定時間は例えば1～60秒である。また、熱収縮特性を改善するために、横方向および縦方向に弛緩処理を行うことが有効である。

【0050】本発明のビデオソフト用テープは、上記のようにして得られた2軸配向ポリエステルフィルムの片面に公知の方法、例えば、特開平6-91751号公報に記載の組成の磁性塗料をグラビアロールにより塗布し、磁気配向させ、乾燥させる。さらに小型カレンダー装置で70℃、線圧200kg/cmでカレンダー処理後、70℃で48時間キュアリングする。この原反を1/2インチにスリットすることによって得られる。

【0051】本発明の特性値は、次の測定方法および評価基準による。

（1）フィルム表面およびテープの磁性層とは反対側表面の触針式三次元平均表面粗さ（S<sub>Ra</sub>）および最大突起数（PC-S）

フィルムまたはテープ表面を小坂研究所社製の触針式三次元表面粗さ計（SE-3AK）および三次元粗さ解析装置（SPA-11）を用いて、三次元表面粗さ（S<sub>Ra</sub>）を測定する。また、切断面による切り口の個数が最も多いところの数（フィルム表面を上から平行にスライスしていき、突起の切り口の個数が最も多いところの数）を最大突起数（PC-S）とする。条件は下記の通りである。実施例、比較例では2回の測定の平均値をもって測定値とした。

を用いて三次元表面粗さを測定する。切断面による切り口の個数が最も多いところの数（フィルム表面を上から平行にスライスしていき、突起の切り口の個数が最も多いところの数）を最大突起数（PC-H）とする。条件は下記の通りである。実施例および比較例では3回の測定の平均値をもって測定値とした。



・ Z方向（フィルムの高さ方向）倍率	: ×20000
・ 測定面積	: 0.01875mm <sup>2</sup>
・ X方向測定長	: 250μm
・ X方向測定速度	: 20μm/s
・ Y方向（フィルムの横手方向）の送りピッチ	: 0.5μm
・ Y方向のスキャン回数	: 150回
・ カウントモード	: SIMPLE
・ Z基準	: LOWER

【0053】（3）無機酸化物微粒子（A）の平均一次粒径比（長径／短径）、平均一次粒径（d）および一次粒径の標準偏差（σ）

粒子を走査型電子顕微鏡用試料台に固定し、白金スパッターを施し、走査型電子顕微鏡にて10000～50000倍で観察し、ニレコ株式会社製ルーゼックス2Dにて3000～5000個の粒子の画像解析を行い、平均一次粒径比（長径／短径）、平均一次粒径（d）、および一次粒径の標準偏差（σ）を求める。

【0054】フィルム中から算出する場合は、試料フィルム小片を走査型電子顕微鏡用試料台に固定し、日本電子（株）製スパッターリング装置（JFC-1100型イオンエッチング装置）を用いてフィルム表面に下記条件にてイオンエッチング処理を施す。条件は、ベルジャー内に試料を設置し、約 $10^{-3}$ Torrの真空状態まで真空度を上げ、電圧0.25KV、電流1.25mAにて約10分間イオンエッチングを実施した。さらに同装置にて、フィルム表面に白金スパッターを施し、走査型電子顕微鏡にて10000～50000倍で不活性粒子（B）が同じ視野に入らないように観察場所を選び、ニレコ株式会社製ルーゼックス2Dにて3000～500

0個の粒子について上記画像解析を行い各パラメーターを求める。

【0055】（4）平均粒径

レーザ回折・散乱式粒度分布測定機（マイクロトラックHRA：リーズ&ノースラップ社製）を用いて、イオン交換水中に粒子のエチレングリコールスラリーを適切な濃度になるまで加え、粒度分布を測定する。粒子の手段の全体積を100%として累積カーブを求めたとき、その累積カーブが50%となる点の粒径を、無機酸化物微粒子（A）の平均二次粒径および不活性粒子（B）の平均粒径（nm）とする。

【0056】（5）粒子の外接円に対する面積率

少なくとも100個以上の粒子を走査型電子顕微鏡（日立S-510型）で観察、写真撮影したものから、画像解析装置（ニレコ株式会社製ルーゼックス2D）を用いて各粒子の投影断面積（μm<sup>2</sup>）および各粒子に外接する円の面積（μm<sup>2</sup>）を求め、それらの平均値の比をもって粒子の外接円に対する面積率（%）とする。

【0057】

【数8】

$$\frac{\text{粒子の外接円に対する面積率 (\%)}}{\text{粒子に外接する円の平均面積}} = \frac{\text{粒子の平均投影断面積}}{\text{粒子に外接する円の平均面積}} \times 100 \quad (I)$$

【0058】（6）粒径のばらつき度

少なくとも100個以上の粒子を上記（6）に記載の装置を用いて水平方向のフェレ径を測定し、その標準偏差

と平均値の比をもって粒径のばらつき度（%）とする。

【0059】

【数9】

$$\text{粒径のばらつき度 (\%)} = \frac{\text{水平方向のフェレ径の標準偏差}}{\text{水平方向のフェレ径の平均値}} \times 100 \quad (II)$$

【0060】（7）スリッターでの巻き性

スリッター工程でのフィルムを巻きとっていた時の巻き姿（しわおよび巻き乱れ）を下記のようにランク付けをする。

【0061】＜巻き姿の判定＞

◎ : 400m/分でも、巻きしわまたは巻き乱れは全く起こらない

○ : 350m/分で、巻きしわまたは巻き乱れは全く起こらない

× : 350m/分で、巻きしわまたは巻き乱れが生じる

×× : 300m/分に減速しても、巻きしわまたは巻き

乱れが生じる

【0062】（8）耐削れ性

図1に示したフィルム走行試験機を用い、耐削れ性を評価する。図1において、1はフィルム、2はキャプスタン、3は張力検出装置、4は固定ガイドピン（市販VTR用固定ガイドピン：触針式表面粗さ計で測定した最大突起高さが0.15μm、中心線平均表面粗さが0.008μm）を示す。

【0063】1/2インチ幅にスリットしたポリエステルフィルムを、23℃、65RH%の雰囲気下で、固定ガイドピン4に135°の角度で接触させ、張力50gを与えながら200cm/分の速さで90m走行させ

る。走行後、固定ガイドピン4の表面に付着した白粉量を実態顕微鏡により観察し、次のようにランク付けをする。

【0064】＜白粉量の判定＞

◎：白粉の付着がないまたは白粉があっても部分的で少ない

○：白粉が薄く付着

×：部分的に多量の白粉が付着

××：全面にわたって多量の白粉が付着

○以上であれば、実用上問題ない。

【0065】（9）耐スクラッチ性

耐削れ性の評価に使用した、図1で示される走行試験機において、1/2インチ幅にスリットしたポリエステルフィルムを23℃、65RH%の雰囲気下で、固定ガイドピン4として、耐削れ性の評価で用いた市販VTR用固定ガイドピン4の代わりに、SUS焼結板を円柱形に曲げた表面仕上げが不十分な固定ピン（中心線表面粗さが0.15μm）を用い、90°の角度で接触させ張力100gを与えながら127cm/秒で90m走行させる。走行後のフィルムをアルミニウムで蒸着した後、斜めから光を当てながら、蒸着をしていないフィルム表面全幅を実態顕微鏡で観察し、フィルム表面のスクラッチの本数を下記のようにランク付けをした。なおスクラッチは浅いものおよびフィルム全幅に対し1/2以上あるものも数に含めた。

【0066】＜スクラッチ性の判定＞

◎：10本以下／全幅

○：11～30本／全幅

×：31～60本／全幅

××：61本以上／全幅

○以上であれば、実用上問題ない。

【0067】（10）スリット性

ポリエステルフィルムをシェアカッターで1/2インチ幅に1000mスリットする。フィルムのスリット箇所のヒゲの発生具合の観察は電子顕微鏡（5000～10000倍）を用いた。また、シェアカッターに付着した粉の発生具合は、目視で観察する。ヒゲや粉の発生具合の程度を次のようにランク付けを行った。

【0068】＜スリット性の判定＞

◎：ヒゲや粉の発生が非常に少ない

○： " 少ない

×： " やや多い

××： " 多い

○以上であれば、実用上問題ない。

【0069】（11）ビデオテープの電磁変換特性

二軸配向ポリエステルフィルムに、特開平6-91751号公報に記載の組成の磁性塗料をグラビアロールにより塗布し、磁気配向させ、乾燥させる。さらに、小型カレンダー装置（スチールロール／ナイロンロール、5段）で70℃、線圧200kg/cmでカレンダー処理

後、70℃で48時間キュアリングする。この原反を1/2インチにスリットし、パンケーキを作成した。このパンケーキをVTRカセットに組み込み、VTRカセットテープとした。

【0070】このテープを家庭用VTRを用いて、テレビ試験波形発生器（TG7/U706：シバソク製）により100%クロマト信号を記録し、その再生信号からカラーノイズ測定機（925D/1：シバソク製）でクロマS/Nを測定し、Aとした。また上記と同じ信号を記録したマスターテープのパンケーキを磁界転写方式のビデオソフト高速プリントシステム（ソニーマグネスケール（株）製スプリンター）を用いて、Aを測定したのと同じ試料テープ（未記載）のパンケーキへダビングした後のテープのクロマS/Nを上記と同様にして測定し、Bとした。このダビングによるクロマS/Nの低下（A-B）を以下のようにランク付けした。

【0071】＜ダビングによる画質（クロマS/N）の低下の判定＞

◎：3dB未満の場合

○：3dB以上5dB未満

×：5dB以上7dB未満

××：7dB以上

○以上であれば、実用上問題ない。

【0072】（12）ビデオテープの耐久性

上記（11）でビデオソフト高速プリントシステム（ソニーマグネスケール（株）製スプリンター）作成したビデオソフトテープを家庭用VTRを用いてテレビ試験信号発生装置（TG-7/1：シバソク製）により、カラーバー信号を記録し、その再生信号からドロップアウトカウンター（TDA-100：マイクロシステム研究所製）で15μsec、20dB以上の大きなドロップアウト数を測定し、Cとした。次に、該ビデオソフトテープを家庭用VTRで繰り返し走行（早送り、巻き戻し）を100回行った。その後、テープを再生し、その信号からドロップアウトカウンター（TG-7/1）で、15μsec、20dB以上の大きなドロップアウト数を測定し、Dとした。このビデオソフトテープの繰り返し走行によるドロップアウトの増加率〔（D-C）/C×100；%〕を耐久性と定義し、以下のようにランク付けした。

【0073】＜耐久性（ドロップアウトの増加率）＞

◎：10%未満

○：10%以上20%未満

×：20%以上50%未満

××：50%以上

○以上であれば、実用上問題のないレベルである。

【0074】

【実施例】本発明を実施例および比較例に基づいて詳細に説明する。なお、実施例および比較例中の部は、特に断らない限りすべて重量部を意味する。

## 【0075】実施例1

無機酸化物微粒子(A)としてシリカ粒子を含有させたポリエステルは次の方法で得た。エステル化反応缶を冷却しながらテレフタル酸を86.4部およびエチレングリコールを64.4部を仕込み、攪拌をしながら、触媒として三酸化アンチモンを0.03部および酢酸マグネシウム4水和物を0.088部、トリエチルアミンを0.16部を仕込み、反応缶の温度が80℃まで冷却されるまで待った。一方、平均一次粒径比(長径/短径)が1.35、平均一次粒径/一次粒径の標準偏差が2.5である四塩化ケイ素の火焰加水分解法で得たシリカ粒子(A)をエチレングリコール中に混合し、該スラリーをダイノミルで湿式解砕処理、スーパーデカンターで遠心分離処理および孔径1μmの高精度フィルターで濾過処理を行い、平均二次粒径が110nmのシリカ粒子

(A)を12重量%含有するエチレングリコールスラリーを得た。上記エステル化反応缶の缶内温度が80℃に到達後、上記スラリー(粒子含有量:生成ポリマー100部に対して2.0部)をエステル化反応缶に添加し、5分後加圧昇温を行い、ゲージ圧3.5kg/cm<sup>2</sup>、240℃の条件で加圧エステル化反応を行った。その後、エステル化反応缶内を常圧に戻し、リン酸トリメチル0.043部を添加した。リン酸トリメチルを添加した5分後に、エステル化反応生成物を重縮合反応缶に移送し、280℃で減圧下重縮合反応を行い、極限粘度0.58のポリエステルを得た。これをポリエステル(A)とする。

【0076】また、不活性粒子(B)含有ポリエステルは次の方法で得た。エステル化反応缶を昇温し、200℃に到達した時点で、テレフタル酸を86.4部およびエチレングリコールを64.4部を仕込み、攪拌をしながら触媒として三酸化アンチモンを0.017部および酢酸マグネシウム4水和物を0.071部、トリエチルアミンを0.16部添加した。次いで、加圧昇温を行い、ゲージ圧3.5kg/cm<sup>2</sup>、240℃の条件で加圧エステル化反応を行った。その後、エステル化反応缶内を常圧に戻し、リン酸トリメチル0.026部を添加した。さらに260℃に昇温し、リン酸トリメチルを添加した15分後に、スーパーデカンターによる遠心分離処理および孔径5μmのフィルターによる濾過処理を行い、かつ分散剤としてトリポリリン酸ナトリウム水溶液を炭酸カルシウムに対しNa原子として0.1重量%となるように添加した。外接円に対する面積率が80%でかつ粒径のばらつき度が28%の、平均粒径570nmのカルサイト型合成炭酸カルシウム粒子(B1)のエチレングリコールスラリー(粒子含有量:生成ポリマー100部に対して2.0部)を添加した。15分後、得られたエステル化反応生成物を重縮合反応缶に移送し、280℃で減圧下重縮合反応を行い、極限粘度0.58のポリエステルを得た。これをポリエステル(B1)とす

る。

【0077】一方、上記ポリエステル(B1)の製造において、平均粒径570nmのカルサイト型合成炭酸カルシウム粒子(B1)の代わりに、外接円に対する面積率が75%で、かつ粒径のばらつき度が25%の、平均粒径850nmのカルサイト型合成炭酸カルシウム粒子(B2)のスラリー(粒子含有量:生成ポリマー100部に対して2.0部)を含有する、極限粘度0.58のポリエステルを得た。これをポリエステル(B2)とする。

【0078】さらに、上記ポリエステル(B1)の製造において、平均粒径570nmのカルサイト型合成炭酸カルシウム粒子(B1)の添加を止め、添加微粒子を全く含有しない極限粘度0.58のポリエステルを得た。これをポリエステル(C)とする。

【0079】ポリエステル(A)、(B1)、(B2)、(C)を15:15:3.75:66.25の重量比で混合乾燥した。次いで290℃で溶融押し出しし、孔径5μmのプレフィルターと孔径40μmのファイナルフィルターで濾過処理を行った後、静電印加冷却法により冷却ドラム上に未延伸シートを密着させた。次いで縦方向にロールの周速差を変え、123℃で1.36倍、127℃で3.23倍に2段階に分け延伸した。この一軸延伸フィルムをステンターを用いて横方向に3段階に分け、118℃で1.94倍、123℃で1.47倍、130℃で1.32倍延伸し、さらに1.09倍の微延伸下で204℃の熱風にて熱処理し、続いて同温度で横方向に2.4%の緩和を行った。いったん冷却をした後、ロールの周速差により125℃で縦方向に0.8%緩和を与え、そのまま徐冷して室温まで冷却させて巻き取ることにより、厚み14.5μmでかつ極限粘度が0.56の二軸配向ポリエステルフィルムを得た。

【0080】この二軸配向ポリエステルフィルムに、特開平6-91751号公報に記載の組成の磁性塗料をグラビアロールにより塗布し、磁気配向させ、乾燥させる。さらに、小型カレンダー装置(スチールロール/ナイロンロール、5段)で70℃、線圧200kg/cmでカレンダー処理後、70℃で48時間キュアリングする。この原反を1/2インチにスリットし、パンケーキを作成した。このパンケーキをVTRカセットに組み込み、ビデオソフト用テープを得た。

## 【0081】比較例1

ポリエステル(A)、(B1)、(B2)、(C)を5:20:7.5:67.5の重量比で混合する以外は、実施例1と同様にして同一の厚みおよび極限粘度を有するフィルムおよび該フィルムを使用したビデオソフト用テープを得た。本比較例1は、請求項1に記載の最大突起数の比(α)が特許請求の範囲外である。

## 【0082】比較例2

ポリエステル(A)、(B1)、(B2)、(C)を

3. 75 : 5 : 3. 75 : 87. 5の重量比で混合する以外は、実施例1と同様にして同一の厚みおよび極限粘度を有するフィルムおよび該フィルムを使用したビデオソフト用テープを得た。本比較例2は、請求項1に記載の最大突起数(PC-H)が特許請求の範囲外である。

#### 【0083】比較例3

ポリエステル(A)、(B1)、(B2)、(C)を25 : 5 : 5 : 65の重量比で混合する以外は、実施例1と同様にして同一の厚みおよび極限粘度を有するフィルムおよび該フィルムを使用したビデオソフト用テープを得た。本比較例3は、請求項1に記載の最大突起数比( $\alpha$ )が特許請求の範囲外である。

#### 【0084】実施例2

また、実施例1のポリエステル(B1)において、平均粒径が570nmのカルサイト型合成炭酸カルシウム粒子(B1)の代わりに、外接円に対する面積率が96%、粒径のばらつき度が12%で、かつ10%減量時の熱分解温度が383℃の、平均粒径が450nmの架橋ポリスチレン粒子(日本合成ゴム株式会社製S2467)を使用する以外は、実施例1のポリエステル(B1)と同様な製法でポリエステル(B1a)を得た。ポリエステル(A)、(B1a)、(B2)、(C)を15 : 10 : 5 : 70の重量比で混合する以外は、実施例1と同様にして同一の厚みおよび極限粘度を有するフィ

ルムおよび該フィルムを使用したビデオソフト用テープを得た。

#### 【0085】実施例3

ケイ酸ナトリウムを原料とし、湿式系でアルカリ(ナトリウム)分を除去していく方法で生成させた、平均粒径が160nm、平均一次粒径比(長径/短径)が1.05、平均一次粒径/一次粒径の標準偏差が1.8である球状単分散のコロイダルシリカ粒子のエチレングリコールスラリーを、実施例1で使用したシリカ粒子(A)の代わりに使用する以外は、実施例1のポリエステル(A)と同様な製法でポリエステル(A1)を得た。ポリエステル(A)の代わりにポリエステル(A1)を使用する以外は、実施例2と同様にして同一の厚みおよび極限粘度を有するフィルムおよび該フィルムを使用したビデオソフト用テープを得た。本実施例3は、請求項1に記載の範囲を満足しているが、請求項2に記載のシリカ粒子の平均一次粒径比(長径/短径)および平均一次粒径/一次粒径の標準偏差が請求項2の範囲外である。

【0086】上記実施例1~3および比較例1~3で得られたポリエステルフィルムの特性を表1および表2に示す。

#### 【0087】

【表1】

		実施例1	比較例1	比較例2
シリカ粒子	・平均一次粒径(nm)	160	160	160
	・平均一次粒径比(長径/短径)	1.35	1.35	1.35
	・平均一次粒径/一次粒径の標準偏差(d/ $\sigma$ )	2.5	2.5	2.5
	・含有量(重量%)	0.3	0.1	0.075
不活性粒子	・種類	カルサイト型合成CaCO <sub>3</sub>	カルサイト型合成CaCO <sub>3</sub>	カルサイト型合成CaCO <sub>3</sub>
	・平均粒径(nm)	570	570	570
	・外接円に対する面積率(%)	80	80	80
	・粒径のばらつき度(%)	28	28	28
不活性粒子	・種類	カルサイト型合成CaCO <sub>3</sub>	カルサイト型合成CaCO <sub>3</sub>	カルサイト型合成CaCO <sub>3</sub>
	・平均粒径(nm)	850	850	850
	・外接円に対する面積率(%)	75	75	75
	・粒径のばらつき度(%)	25	25	25
不活性粒子	・含有量(重量%)	0.075	0.15	0.075
	・平均粒径の差(B2-B1: nm)	280	280	280
	・粒子数パラメーター: $\beta$	53	13	35
フィルム	・最大突起数(PC-H)	25400	20600	15200
	・最大突起数比( $\alpha$ )	4.9	3.0	4.6
	・表面粗さ: S Ra (nm)	23.8	24.5	21.4
	・巻き性	◎	◎	○
フィルム	・耐消光性	◎	××	××
	・耐スクラッチ性	◎	×	×
	・スリット性	◎	○	○
テープ	・最大突起数(PC-H)	43700	34600	19600
	・最大突起数比( $\alpha$ )	8.2	3.8	7.8
	・表面粗さ: S Ra (nm)	23.4	21.3	14.6
	・面質(電磁変換特性低下)	◎	×	×
テープ	・耐久性(DO増加率)	◎	○	××

【0088】

【表 2】

		比較例 3	実施例 2	実施例 3
シリカ粒子	・平均二次粒径 (nm)	160	160	160
	・平均一次粒径比 (長径/短径)	1.35	1.35	1.05
	・平均一次粒径/一次粒径の標準偏差 ( $d/\sigma$ )	2.5	2.5	1.8
	・含有量 (重量%)	0.5	0.3	0.3
不活性粒子	粒子 B1	・種類	カルサイト型 合成 $\text{CaCO}_3$	架橋ポリスチレン粒子
		・平均粒径 (nm)	570	450
		・外接円に対する面積率 (%)	80	93
		・粒径のばらつき度 (%)	28	14
		・含有量 (重量%)	0.3	0.2
	粒子 B2	・種類	カルサイト型 合成 $\text{CaCO}_3$	カルサイト型 合成 $\text{CaCO}_3$
		・平均粒径 (nm)	850	850
		・外接円に対する面積率 (%)	75	75
		・粒径のばらつき度 (%)	25	25
		・含有量 (重量%)	0.075	0.10
	・平均粒径の差 (B2-B1: nm)		280	400
	・粒子数パラメーター: $\beta$		218	32
フィルム	・最大突起数 (PC-H)		34600	26800
	・最大突起数比 ( $\alpha$ )		10.5	4.5
	・表面粗さ: S Ra (nm)		19.8	24.0
	・巻き性		××	◎
	・耐削れ性		×	◎
テープ	・耐スクラッチ性		◎	◎
	・スリット性		◎	×
	・最大突起数 (PC-H)		57800	45800
	・最大突起数比 ( $\alpha$ )		17.6	7.6
	・表面粗さ: S Ra (nm)		18.5	23.2
テープ	・画質 (電磁変換特性低下)		○	◎
	・耐久性 (DO増加率)		×	◎

【0089】表 1 および表 2 の結果から明かなように、本発明のフィルムは、巻き性、耐削れ性および耐スクラッチ性などの特性においても良好であった。また、本発明のフィルムを使用したビデオソフト用テープは、高速でダビングした際の電磁変換特性の低下も少なく、かつ耐久性にも優れていた。

【0090】

【発明の効果】本発明の配向ポリエステルフィルムは、特定の最大突起数 (PC-H) と特定の最大突起数比 ( $\alpha$ ) をもつ表面を有している。そのため、フィルムおよびテープの製造ラインの高速化に適応できる、巻き性、耐削れ性、耐スクラッチ性、スリット性に極めて優れた高品質のポリエステルフィルムである。さらに該ポ

リエステルフィルムを使用したビデオソフト用テープは、高速ダビング時の画質低下も少なく、さらに耐久性にも優れているため、特に繰り返し再生頻度の高いビデオレンタル向けのビデオソフト用テープとして好適に使用できる。

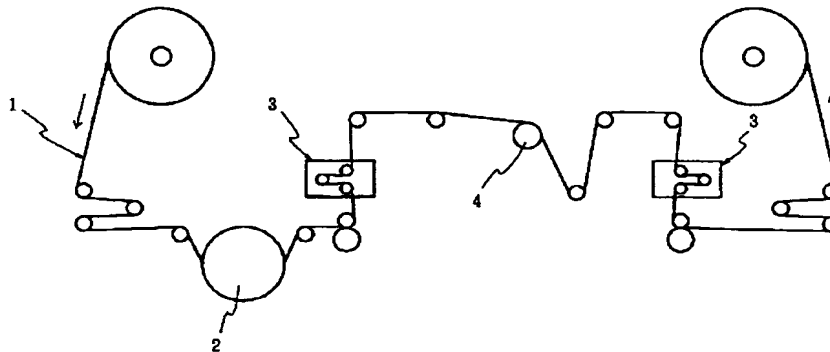
【図面の簡単な説明】

【図 1】耐削れ性および耐スクラッチ性を評価する走行試験機の概略図である。

【符号の説明】

- 1 フィルム
- 2 キャプスタン
- 3 張力検出装置
- 4 固定ガイドピン

【図 1】



## 【手続補正書】

【提出日】平成 8 年 12 月 20 日

## 【手続補正 1】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】請求項 2

【補正方法】変更

## 【補正内容】

【請求項 2】 ポリエステルフィルムが、平均二次粒径が 50～200 nm、平均一次粒径比（長径／短径）が 1.25～3.0 かつ平均一次粒径／一次粒径の標準偏

$$\beta = [c(A)/(r(A)^3 \cdot d(A))] / \left[ \sum_{i=1}^n (c(Bi)/(r(Bi)^3 \cdot d(Bi))) \right]$$

【式中、 $r(A)$ は無機酸化物微粒子(A)の平均二次粒径(nm)を、 $d(A)$ は無機酸化物微粒子(A)の比重( $g/cm^3$ )を、 $c(A)$ は無機酸化物微粒子(A)のポリエステル中の含有量(重量%)を、 $r(Bi)$ は不活性粒子(B)の平均粒径(nm)を、 $d(Bi)$ は不活性粒子(B)の比重( $g/cm^3$ )を、 $c(Bi)$ は不活性粒子(B)のポリエステル中の含有量(重量%)を示し、 $n$ は使用した不活性粒子(B)の種類の数である】

## 【手続補正 2】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】請求項 5

【補正方法】変更

$$\beta = [c(A)/(r(A)^3 \cdot d(A))] / \left[ \sum_{i=1}^n (c(Bi)/(r(Bi)^3 \cdot d(Bi))) \right]$$

【式中、 $r(A)$ は無機酸化物微粒子(A)の平均二次粒径(nm)を、 $d(A)$ は無機酸化物微粒子(A)の比重( $g/cm^3$ )を、 $c(A)$ は無機酸化物微粒子(A)のポリエステル中の含有量(重量%)を、 $r(Bi)$ は不活性粒子(B)の平均粒径(nm)を、 $d(Bi)$ は不活性粒子(B)の少なくとも一種の比重( $g/cm^3$ )を、 $c(Bi)$ は不活性粒子(B)のポリエス

テル中の含有量(重量%)を示し、 $n$ は使用した不活性粒子(B)の種類の数である】

差( $d/\sigma$ )が 0.5～5.0 である無機酸化物微粒子(A)を 0.1～0.5 重量%、および平均粒径が 300～1500 nm である不活性粒子(B)を少なくとも 1 種含有し、かつ無機酸化物微粒子(A)と不活性粒子(B)の下記式で定義される粒子数パラメーター( $\beta$ )が 20～80 であることを特徴とする請求項 1 記載の磁気記録媒体用二軸配向ポリエステルフィルム。

## 【数 1】

## 【補正内容】

【請求項 5】 フィルム層が、平均二次粒径が 50～200 nm、平均一次粒径比（長径／短径）が 1.25～3.0、かつ平均一次粒径／一次粒径の標準偏差( $d/\sigma$ )が 0.5～5.0 である無機酸化物微粒子(A)を 0.1～0.5 重量%、および平均粒径が 300～1500 nm である不活性粒子(B)を少なくとも 1 種含有し、かつ該表面の無機酸化物微粒子(A)と不活性粒子(B)の下記式で定義される粒子数パラメーター( $\beta$ )が 20～80 であることを特徴とする請求項 4 記載のビデオソフト用テープ。

## 【数 2】

テル中の含有量(重量%)を示し、 $n$ は使用した不活性粒子(B)の種類の数である】

## 【手続補正 3】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0009

【補正方法】変更

## 【補正内容】

【0009】

【数3】

$$B = [c(A)/(r(A)^3 \cdot d(A))] / \left[ \sum_{i=1}^n (c(B_i)/(r(B_i)^3 \cdot d(B_i))) \right]$$

【手続補正4】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0019

【補正方法】変更

【補正内容】

【0019】

【数4】

$$B = [c(A)/(r(A)^3 \cdot d(A))] / \left[ \sum_{i=1}^n (c(B_i)/(r(B_i)^3 \cdot d(B_i))) \right]$$

【手続補正5】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0033

【補正方法】変更

【補正内容】

【0033】

【数5】

$$B' = [c(A)/(r(A)^3 \cdot d(A))] / \left[ \sum_{i=1}^2 (c(B_i)/(r(B_i)^3 \cdot d(B_i))) \right]$$

【手続補正6】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0085

【補正方法】変更

【補正内容】

【0085】実施例3

ケイ酸ナトリウムを原料とし、湿式系でアルカリ（ナトリウム）分を除去していく方法で生成させた、平均粒径が160nm、平均一次粒径比（長径／短径）が1.05、平均一次粒径／一次粒径の標準偏差が1.8である球状単分散のコロイダルシリカ粒子のエチレングリコール

スラリーを、実施例1で使用したシリカ粒子（A）の代わりに使用する以外は、実施例1のポリエステル（A）と同様な製法でポリエステル（A1）を得た。ポリエステル（A）の代わりにポリエステル（A1）を使用する以外は、実施例2と同様にして同一の厚みおよび極限粘度を有するフィルムおよび該フィルムを使用したビデオソフト用テープを得た。本実施例3は、請求項1に記載の範囲を満足しているが、請求項2に記載のシリカ粒子の平均一次粒径比（長径／短径）および平均一次粒径／一次粒径の標準偏差が請求項2の範囲外である。

---

フロントページの続き

(51) Int. Cl. 6

識別記号

F I

// B29K 67:00

105:16

B29L 7:00

C08L 67:02